



Europäisches Patentamt  
European Patent Office  
Office européen des brevets

Veröffentlichungsnummer:

**0 213 470  
A1**

(12)

## EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 86111091.4

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>: **B28B 3/08**, **B28B 3/00**,  
**B28B 13/02**, **B28B 7/38**,  
**H01L 41/22**

(22) Anmeldetag: 11.08.86

(30) Priorität: 21.08.85 DE 3529922

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:  
11.03.87 Patentblatt 87/11

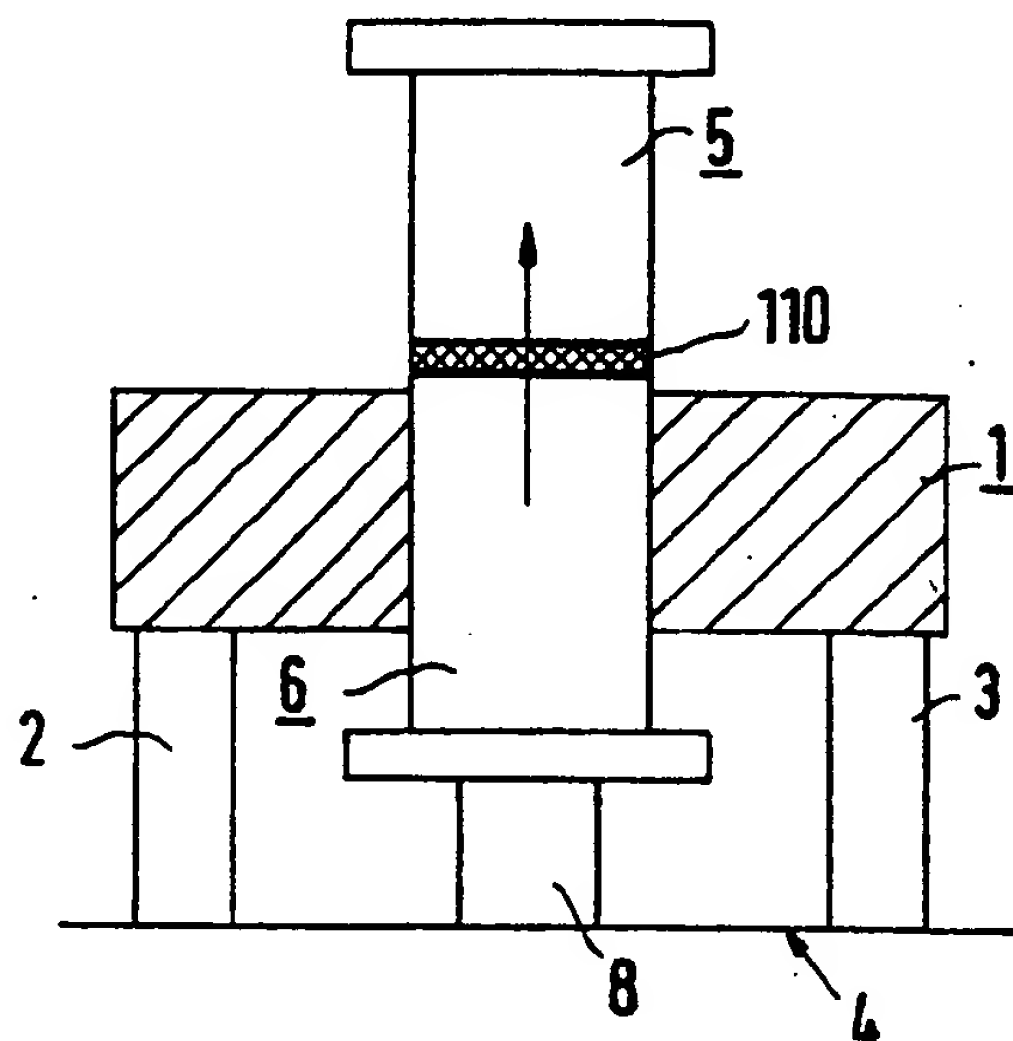
(84) Benannte Vertragsstaaten:  
**AT CH DE FR GB IT LI NL SE**

(71) Anmelder: **Siemens Aktiengesellschaft Berlin  
und München  
Wittelsbacherplatz 2  
D-8000 München 2(DE)**

(72) Erfinder: **Dlugosch, Dieter  
St. Gundekar Strasse 23a  
D-8807 Heilsbronn(DE)**

(54) **Verfahren und Vorrichtung zum Fertigen von piezokeramischen Membranen.**

(57) Beim Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlingen aus pulverförmigem Material soll der Membranrohling durch Pressen hergestellt werden. Dazu wird eine Preßeinrichtung mit einer Preßmatrize und relativ dazu verschiebbaren Unter- und Oberstempel verwendet, mit denen eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangspulvers unter vorgegebenem Druck gepreßt wird, wobei nach dem volumetrischen Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel vorzugsweise das Eineben des Pulvers zumindest durch zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen erfolgt und nach dem Pressen zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel im gepreßten Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinanderbewegt werden. Bei der zugehörigen Vorrichtung wird eine an sich aus der Pulvermetallurgie bekannte Pulverpresse aus Preßmatrize sowie mit relativ gegeneinander beweglichen Unterstempel und Oberstempel (5, 6) verwendet, wobei vorteilhafterweise eine Ringmatrize (1), eine Fülleinrichtung (7) zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize (1) sowie ein Abstreif-Lineal (9) zur Verteilung des eingefüllten Pulvers vorhanden sind.



**FIG 4**

**BEST AVAILABLE COPY**

EP 0 213 470 A1

## Verfahren und Vorrichtung zum Fertigen von piezokeramischen Membranen

Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zum Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlings. Daneben bezieht sich die Erfindung auf die zugehörige Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

Beispielsweise für Fernsprechanlagen od.dgl. werden piezokeramische Membranen benötigt. Solche Membranen haben durchweg eine Stärke von weniger als 200  $\mu\text{m}$ , beispielsweise zwischen 80 und 160  $\mu\text{m}$ , und bestehen speziell aus Mischungen von Bleioxiden, Titanoxiden und Zirkonoxiden, die durch einen Umsatzbrand piezoelektrischen Charakter bekommen.

Bisher wurden Membranen aus Piezokeramik für obige Anwendungszwecke aus einer aufgeschlemmten, wässrigen Lösung, dem sogenannten Schlicker, als Folien gegossen. Diese Folien werden im Ofen getrocknet und anschließend die entsprechenden Durchmesser für die einzelnen Membranen ausgestanzt. Die Einhaltung der geforderten Foliendicke sowie deren Parallelität ist problematisch, da sie von der Viskosität des Schlickers sowie von der Ebenheit des Transportbandes abhängen. Diese Probleme sind trotz hohem regeltechnischen Aufwand nur schwer beherrschbar und bis heute nicht gelöst.

Weiterhin werden beim sogenannten Schlickerverfahren die gesamten Folien mit zusätzlichem Zirkonoxid beschichtet, was zur Folge hat, daß der Stanzabfall sowie auch der Ausschuß nicht wieder als Rohstoff verwendbar ist. Bei den bisherigen Fertigungstechnologien konnte daher das Rohmaterial teilweise nur zu einem Drittel ausgenutzt werden.

Aufgabe der Erfindung ist es daher, ein neues Herstellungsverfahren und eine zugehörige Vorrichtung anzugeben, mit denen piezokeramische Membranen besser zu fertigen sind.

Gemäß der Erfindung wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß der Membranrohrling durch Pressen eines pulverförmigen Ausgangsmaterials in einer Preßeinrichtung aus Preßmatrize sowie relativ dazu verschiebbaren Unterstempel und Oberstempel hergestellt wird, wozu eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangsmaterials unter vorgegebenen Druck gepreßt wird, wobei

a) ein volumetrischen Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel und Einebnen des Pulvers auf konstante Höhe erfolgt und

b) zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel in gepreßtem Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinander bewegt werden.

Mit der Erfindung gelingt es nun erstmalig, zur Herstellung von dünnen piezokeramischen Membranen ein Preßverfahren erfolgreich anzuwenden. Dabei kann das Einfüllen des Ausgangsmaterials bereits mit konstanter Füllhöhe erfolgen; insbesondere erfolgt aber ein Einebnen des Ausgangsmaterials durch zumindest zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen. Vorzugsweise werden vor dem volumetrischen Einfüllen des Pulvers Gleitmittel auf die Preßflächen von Oberstempel und Unterstempel aufgetragen. Für den eigentlichen Preßvorgang zwischen den Teilschritten a) und b) wird die gefüllte Preßmatrize abgesenkt, der Oberstempel zunächst bis zum Matrizenrand bewegt und der weitere Vorschub erfolgt mit verringerter Geschwindigkeit. Beim Preßvorgang liegt der Preßdruck vorteilhafterweise zwischen 0,5 und 2  $\text{t/cm}^2$  und die Preßzeit zwischen einer halben und 3 Sekunden. Im einzelnen werden Preßdruck und Preßzeit aufeinander abgestimmt.

Die zugehörige Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens macht Gebrauch von einer Pulverpresse aus Preßmatrize mit gegeneinander relativ beweglichen Unterstempel und Oberstempel, wie sie an sich aus der Pulvermetallurgie bekannt ist. Im einzelnen ist wenigstens eine Ringmatrize, eine Fülleinrichtung zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize und gegebenenfalls ein Abstreif-Lineal zur Verteilung des eingefüllten Pulvers vorhanden. Für die Preßqualität der Membrane ist es von entscheidender Bedeutung, daß Preßflächen eine Oberflächenrauigkeit, vorzugsweise zwischen 4 und 9  $\mu\text{m R}_a$ , aufweist. Dabei sind vorteilhafterweise die Preßflächen von Oberstempel und Unterstempel mit Mitteln zum Gleiten des Keramikpulvers versehen. Vorteilhaft ist das Gleitmittel ein sogenanntes Rüböl, das jeweils vor dem Preßvorgang aufgetragen wird. Das Gleitmittel kann aber auch eine Hartstoffschicht sein, die permanent auf den Preßflächen vorhanden ist. Das Abstreif-Lineal ist insbesondere durch ein Haar-Lineal gebildet, das vorteilhafterweise aus einem Rohr mit kreisförmiger Linealkante besteht, welches eine rotierende Bewegung um die Matrize ausführt. Sehr geeignet haben sich auch zwei konzentrische Doppelrohre erwiesen, bei denen der Abstand der Rohrwandungen klein gegenüber dem Durchmesser ist.

Weitere Vorteile und Einzelheiten der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Figurenbeschreibung eines Ausführungsbeispiels anhand der Zeichnung in Verbindung mit den Unteransprüchen.

Es zeigen die

FIG 1 schematisch eine verwendete Preßeinrichtung in Seitenansicht,

BEST AVAILABLE COPY

FIG 2 deren Draufsicht, wobei der Vorgang des Einebnens dargestellt wird sowie die

Figuren 3 bis 5 die Verfahrensschritte des Pressens, sowie des Entformens in zwei unterschiedlichen Phasen entsprechend der in FIG 1 dargestellten Preßeinrichtung.

Zunächst werden die Figuren zusammen beschrieben und nachfolgend der Fertigungsverfahren dargestellt.

In den Figuren 1 sowie 3 bis 5 ist eine Ringmatrize 1 dargestellt, welche auf Stützen 2 und 3 auf einem Werkzeuggestell 4, das lediglich durch einen horizontalen Strich angedeutet ist, exakt waagrecht gelagert ist. Mit 5 sind ein Oberstempel und mit 6 ein Unterstempel bezeichnet, welche in senkrechter Richtung frei beweglich sind. In FIG 1 bedeutet 7 ein geschliffener Klotz als Füllhöhenleiste zwecks Füllhöhenfestlegung der Membranen; in FIG 4 und 5 kennzeichnet 8 einen entsprechend geschliffenen Klotz als Entformungsleiste.

Für die Fertigung von Telefonmembranen hat sich in der Praxis beispielsweise eine Ringmatrize 1 mit einer Bohrungsöffnung von 53 mm Durchmesser bewährt, wobei die Stützleisten 2 und 3 zweckmäßigerweise eine Höhe von 80 mm und die Füllhöhenleiste eine Höhe von 24,5 mm haben. Damit ergibt sich ein Füllraum von 0,6 mm, was einer fertiggereßten Membran von 170 µm Stärke entspricht. Für dünnere bzw. dickere Membranen muß die Füllhöhenleiste 3 vergrößert bzw. verkleinert werden.

In der Draufsicht nach FIG 2 ist zusätzlich als Abstreiflineal ein Rohr 9 als Haar-Lineal angeordnet, das kreisende Bewegungen durchführen kann und somit das Einebnen des Pulvers durch mehrmaliges Abstreifen in gegenläufige Richtungen ermöglicht. Das Rohr 9 hat einen größeren Durchmesser als der Matrizenfüllraum, wobei der Mittelpunkt bei der Rotationsbewegung außerhalb des Füllraumes liegen muß.

Statt eines einzigen Rohres kann vorteilhaft ein Doppelrohr aus konzentrischen Einzelrohren verwendet werden, bei dem der Abstand der Rohrwandungen klein gegen die Durchmesser ist. Dabei dient das innere Rohr als Vorratsbehälter für überschüssiges Pulver und übernimmt das äußere Rohr die Abstreiffunktion des Haar-Lineals.

Daneben ist auch möglich, aus der Pulvermetallurgie bekannte Füllrichtungen derart zu modifizieren, daß gegebenenfalls das Füllen und Abstreifen in einem einzigen Arbeitsgang gewährleistet wird.

Zum Fertigen von Membranen durch Pressen von Keramikpulver wird folgendermaßen vorgegangen:

Als Ausgangsmaterial wurde sprühgetrocknetes, piezokeramisches Pulver einer mittleren Korngröße von 12 µm verwendet. Beispielsweise kommt als Rohmaterial ein Gemisch von Titanoxid, Bleioxid und Zirkonoxid in Frage, das durch einen Umsetzbrand die piezokeramischen Eigenschaften annimmt und die Strukturformel  $(\text{Pb}(\text{Zr}_x \text{Ti}_{1-x})\text{O}_3)$  hat. Vor dem Pressen werden die Stirnseiten 15 und 16 vom Oberstempel 5 und Unterstempel 6, d.h. die wirksamen Preßflächen, mit einem Gleitmittel beschichtet. Dafür wird vorteilhafterweise ein sogenanntes Rüböl verwendet, was aus bekannten organischen Komponenten besteht. Statt der separaten Beschichtung mit Rüböl für jeden Preßvorgang können die Preßflächen 15 und 16 ggf. auch mit geeigneten Hartstoffschichten versehen sein.

Zum Einfüllen wird mit Hilfe des geschliffenen Klotzes 7 die volumetrische Füllhöhe eingestellt. Zum Befüllen der Preßkavität 10 wird Keramikpulver 11 mit einem Spatel in den Matrizenfüllraum gegeben und anschließend mit dem Haar-Lineal 9 verteilt und eingeebnet. Dabei erfolgt das Abstreifen zumindest in zwei gegenläufige Richtungen. Alternativ dazu kann mit einer geeigneten Füllrichtung bereits ein volumetrisches Einfüllen des Keramikpulvers mit konstanter Füllhöhe erfolgen.

Anschließend wird der Unterstempel 6 mit dem Keramikpulver bis in die Mitte der Matrize 1 in die Preßposition abgesenkt. Damit ist ein Verwehen des Pulvers beim Eintauchen des Oberstempels 5 in die Matrize 1 verhindert. Der Oberstempel 5 wird nun mit deutlich verringerter Geschwindigkeit in die Matrize 1 eingefahren und bei Erreichen der Preßposition wird das Pulver mit dem eingestellten Druck, beispielsweise 1,2 t/cm<sup>2</sup>, ca. 2 Sekunden lang gepreßt.

Nach dem eigentlichen Preßvorgang wird die Druckbeaufschlagung der Presse beendet, wobei der Oberstempel 5 zunächst in der Matrize 1 verbleibt. Nun wird der Unterstempel 6 und Oberstempel 7 synchron mit der gepreßten Membran 110 soweit aus der Matrize 1 bewegt, bis sich die Oberkante des Unterstempels ca. 2 mm über dem oberen Rand der Matrize 1 befindet. Jetzt wird der Oberstempel 5 mit einer Geschwindigkeit ≤ 1 mm/s abgehoben, wonach die gepreßte Membran vom Unterstempel 6 abgenommen werden kann.

Es hat sich gezeigt, daß mit einem derartig n Fertigungsvorgang Membranen vorgegebener Dicke und guter Parallelität zu erreichen sind. Die Membranen sind im gepreßten Zustand handhabbar und können so im Stapel dem Fertigbrand zugeführt werden.

## Ansprüche

1. Verfahren zum Fertigen von piezokeramischen Membranen durch Sintern von Membranrohlingen, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Membranrohlinge durch Pressen eines pulverförmigen Ausgangsmaterials in einer Preßeinrichtung aus Preßmatrize sowie relativ dazu verschiebbaren Unterstempel und Oberstempel hergestellt werden, wozu jeweils eine Schicht vorgegebener Dicke des Ausgangspulvers unter vorgegebenem Druck gepreßt wird, wobei

a) ein volumetrisches Einfüllen des Ausgangsmaterials bei abgesenktem Unterstempel und Einebenen des Pulvers auf konstante Höhe erfolgt und

b) zum Entformen des Membranrohlings Unterstempel und Oberstempel im gepreßten Zustand synchron relativ zur Preßmatrize verschoben und erst anschließend Oberstempel und Unterstempel auseinander bewegt werden.

2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Einebnen des Ausgangsmaterials durch zumindest zweimaliges Abstreifen in gegenläufigen Richtungen erfolgt.

3. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Einfüllen des Ausgangsmaterials bereits mit konstanter Füllhöhe erfolgt.

4. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß vor dem volumetrischen Einfüllen des Pulvers Gleitmittel auf die Preßflächen von Oberstempel und Unterstempel aufgebracht werden.

5. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für den Preßvorgang die gefüllte Preßmatrize abgesenkt wird, der Oberstempel zunächst bis zum Matrizenrand bewegt und der weitere Vorschub bis zur Preßstellung mit verringerter Geschwindigkeit erfolgt.

6. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß beim Preßvorgang der Preßdruck zwischen 0,5 und 2t/cm<sup>2</sup> und die Preßzeit zwischen 0,5 und 3 Sekunden liegt.

7. Verfahren nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß Preßdruck und Preßzeit aufeinander abgestimmt werden.

8. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei Verfahrensschritt b) das Abheben des Oberstempels von der Membrane mit einer Geschwindigkeit  $\leq 1$  mm/s erfolgt.

9. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach Anspruch 1 oder einem der Ansprüche 2 bis 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine an sich aus der Pulvermetallurgie bekannte Pulverpresse aus Preßmatrize mit gegeneinander relativ beweglichen Unter- und Oberstempel vorhanden ist, die eine Ringmatrize (1), eine Fülleinrichtung (7) zur volumetrischen Füllung der Ringmatrize (1) und gegebenenfalls ein separates Abstreif-Lineal (9) zur Verteilung des eingefüllten Pulvers aufweist.

10. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Preßflächen (15, 16) eine Oberflächenrauigkeit zwischen 4 und 9  $\mu$ m R<sub>a</sub> haben.

11. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Preßflächen (15, 16) von Ober- und Unterstempel (5, 6) mit Mitteln zum Gleiten des Pulvers versehen sind

12. Vorrichtung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Gleitmittel ein Rüböl ist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Gleitmittel eine Hartstoffschicht ist.

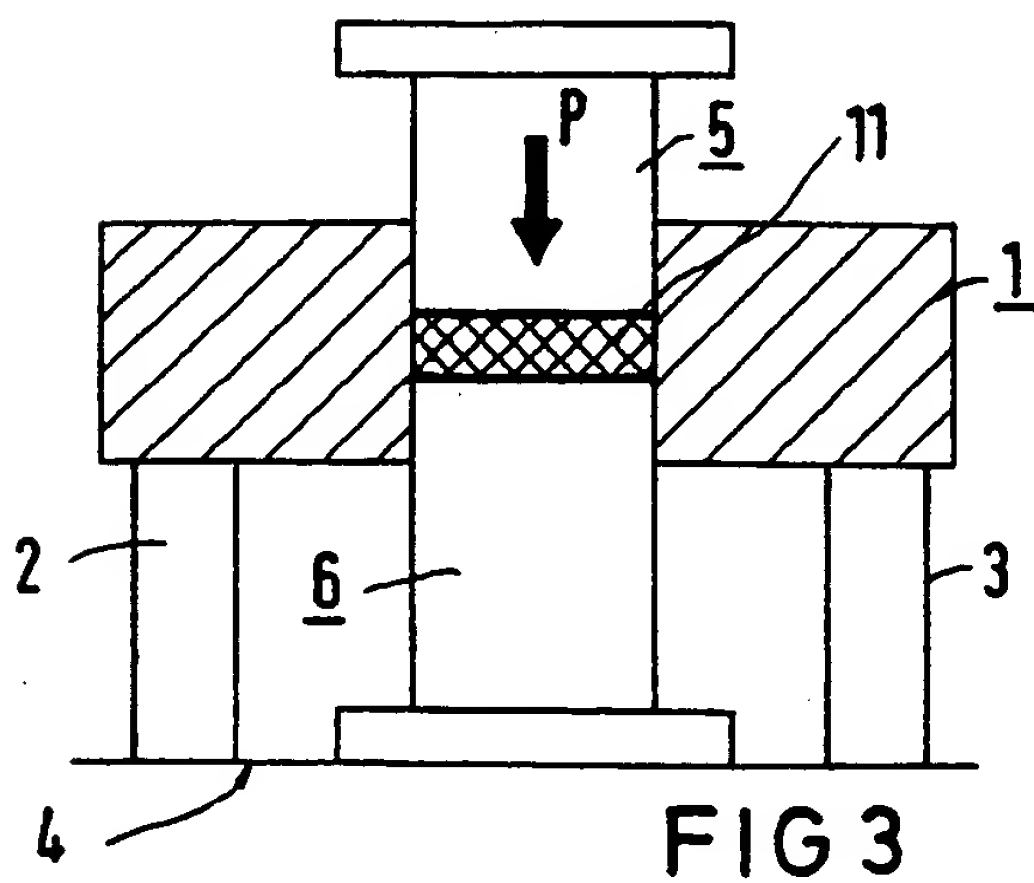
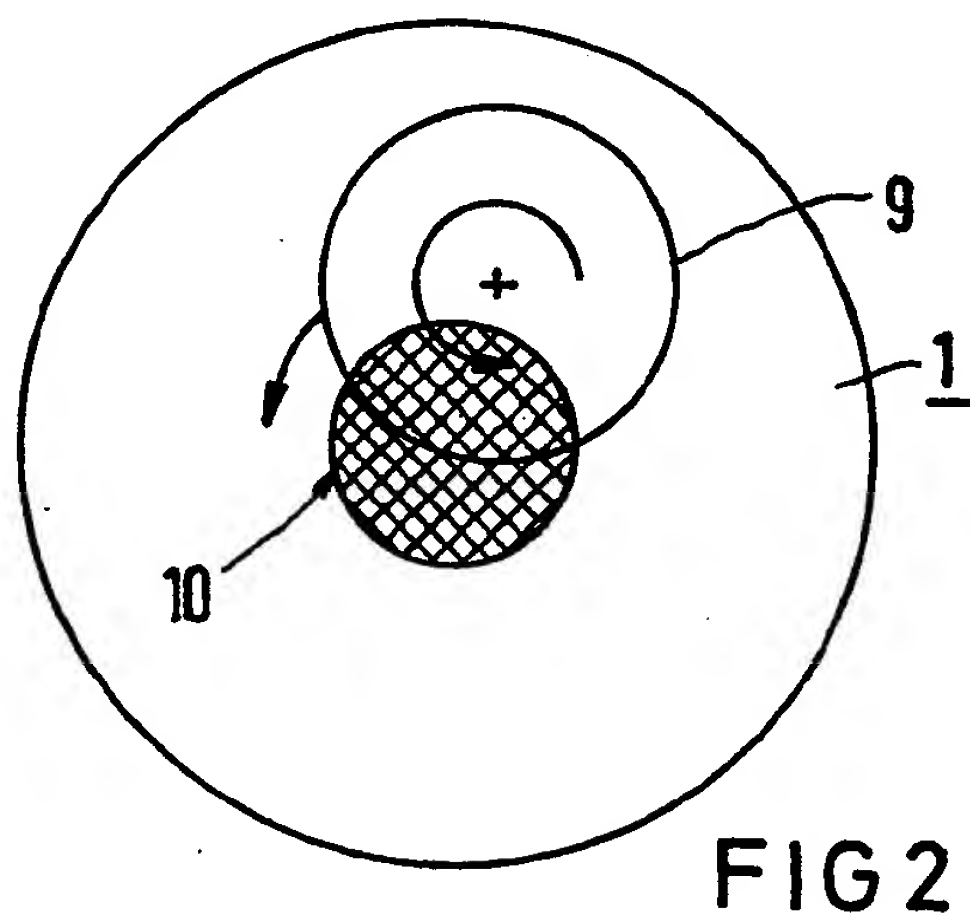
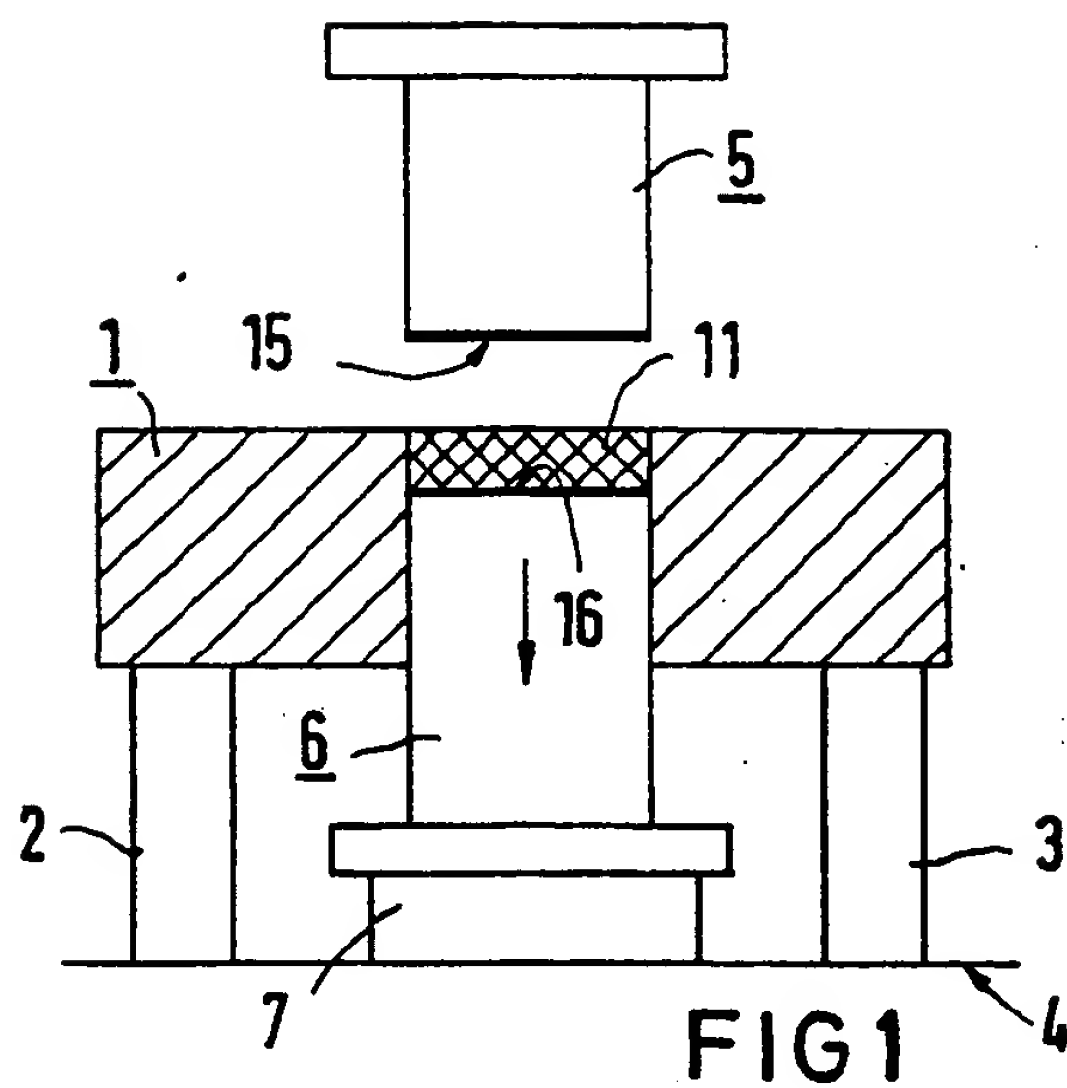
14. Vorrichtung nach Anspruch 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Abstreif-Lineal (9) in Haar-Lineal ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Haar-Lineal (9) im wesentlichen aus einem Rohr mit kreisförmiger Linealkante besteht, das eine rotierende Bewegung um die Matrizenöffnung ausführt.

16. Vorrichtung nach Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Haar-Lineal (9) aus einem konzentrischen Doppelrohr besteht, bei dem der Abstand der Rohrwandungen klein gegenüber dem Durchmesser ist.

BEST AVAILABLE COPY

BEST AVAILABLE COPY





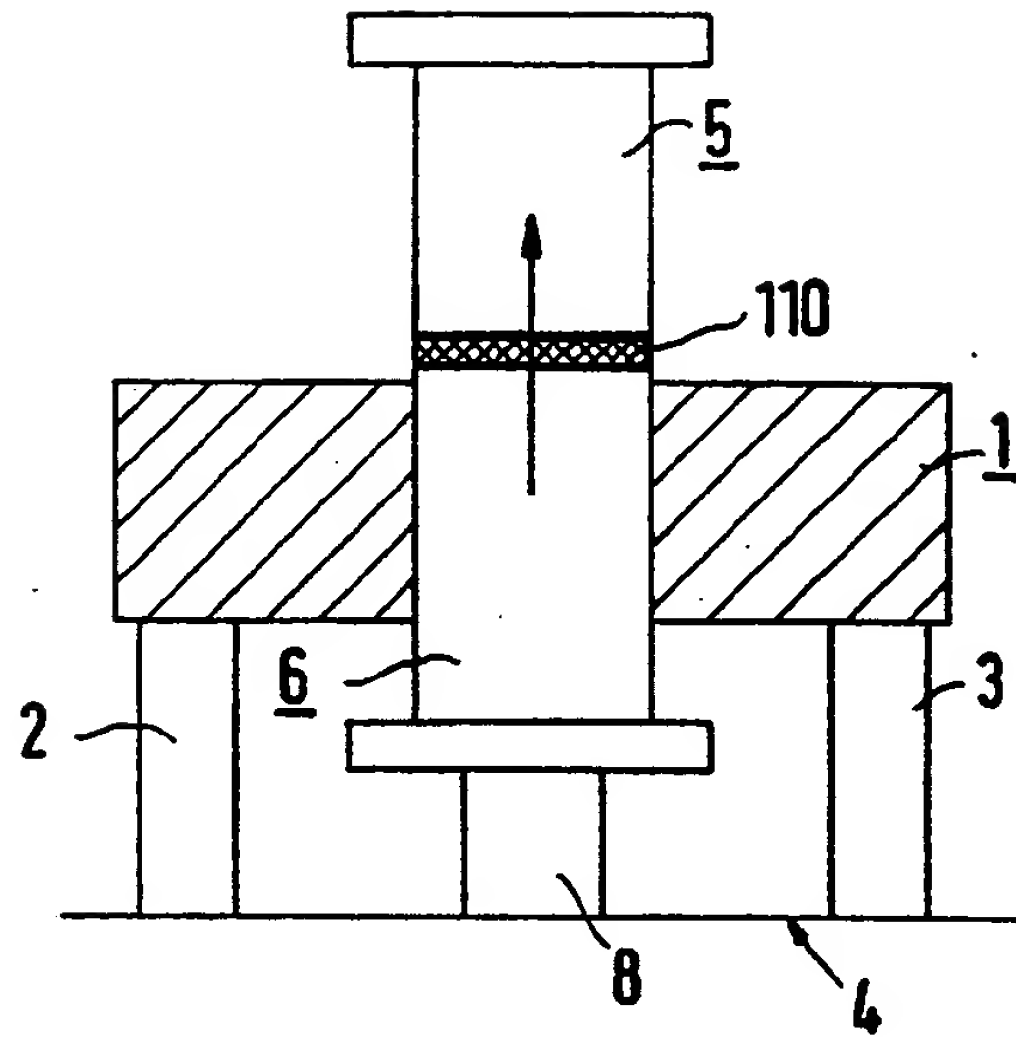


FIG 4

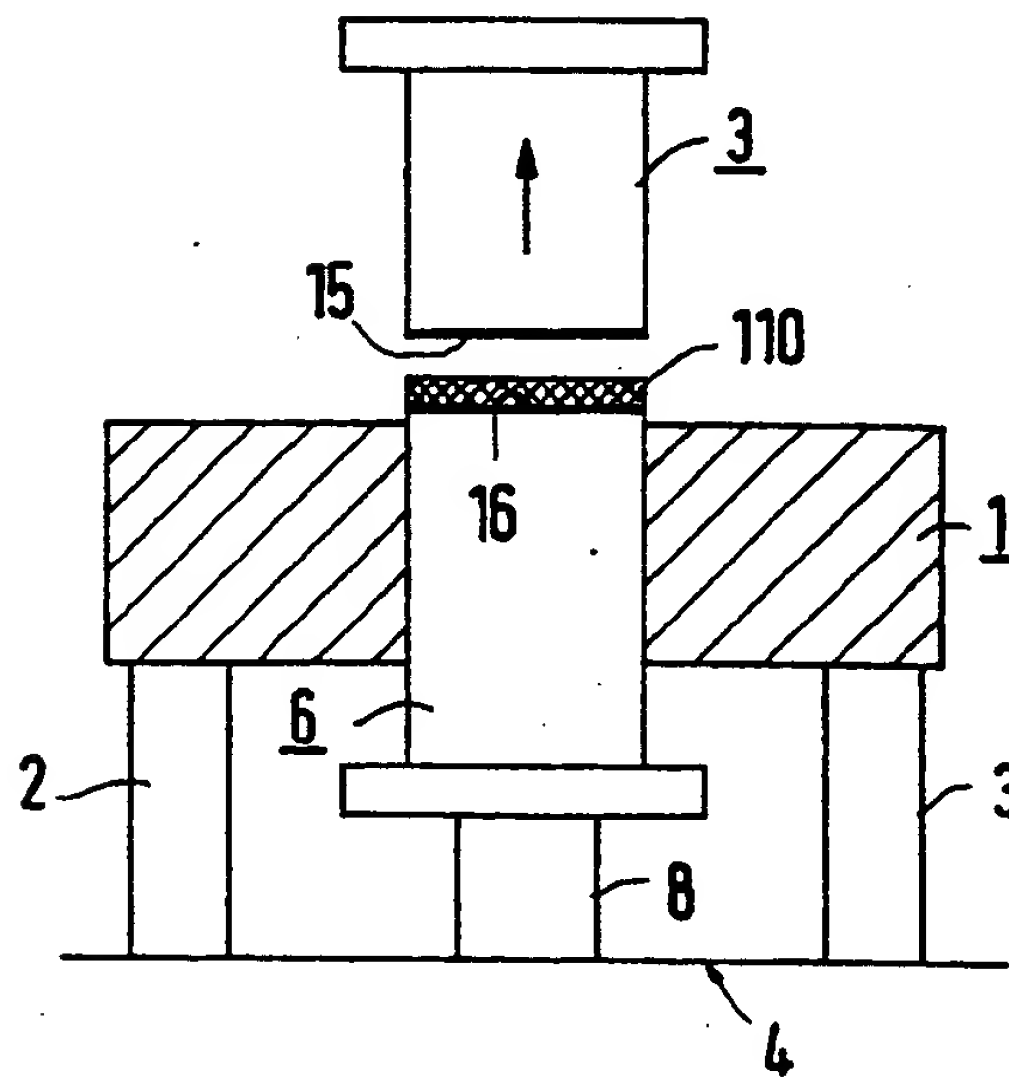


FIG 5



EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 4)
A	GB-A-1 041 333 (LAVINO)  * Seite 3, Zeile 130 - Seite 4, Zeile 123; Ansprüche 1,3,11; Figuren 13-18 *	1,4,9,11	B 28 B 3/08 B 28 B 3/00 B 28 B 13/02 B 28 B 7/38 H 01 L 41/22
A	DE-A-2 913 829 (PTX-PENTRONIX) * Ansprüche 1-3; Seite 22, Zeile 16 - Seite 23, Zeile 17; Figuren 4-8 *	1,9	
A	DE-B-1 090 561 (WALCHHÜTTER) * Anspruch 1; Figur 7 *	1,9	
A	FR-A-2 554 758 (SINTRA-ALCATEL) * Insgesamt *	1,9	
A	CERAMIC BULLETIN, Band 58, Nr. 5, 1979, Seiten 516-518,521; J.V. BIGGERS et al.: "Densification of PZT cast tape by pressing"	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.4)  B 28 B B 30 B H 01 L C 04 B
A	DE-C- 809 055 (PHILIPS) * Insgesamt *	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.			
Recherchenort DEN HAAG		Abschlußdatum der Recherche 24-11-1986	
		Prüfer BOLLEN J.A.G.	
<div>KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE</div> <div>X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet</div> <div>Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategori</div> <div>A : technologischer Hintergrund</div> <div>O : mchtschriftliche Offenbarung</div> <div>P : Zwischenliteratur</div> <div>T : der Erfindung zugrunde liegend Theorien oder Grundsatz</div> <div>E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist</div> <div>D : in der Anmeldung angeführtes Dokument</div> <div>L : aus andern Gründen angeführtes Dokument</div> <div>&amp; : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument</div>			

BEST AVAILABLE COPY